

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-181144

(43)Date of publication of application : 30.06.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/09
B41M 5/00
B41M 5/30
C09D 11/02
G03G 9/087
G03G 9/12
// C09B 67/20

(21)Application number : 10-356350

(22)Date of filing : 15.12.1998

(71)Applicant : DAINICHISEIKA COLOR & CHEM MFG CO LTD

(72)Inventor : NAKANO MASAYUKI
AOKI KAZUTAKA
KANBARA YUKIO
TAKARADA SHIGERU
NAKAJIMA KEIJI
OKURA KEN
NAKAMURA MICHIEI

(54) COLOR COMPOSITION FOR IMAGE RECORDING AND IMAGE RECORDING AGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a compsn. for image recording and to provide an image recording agent showing a proper magenta hue and having fastness, sharpness, transparency and negative electrification property.

SOLUTION: In the image recording color compsn. containing pigments and a resin, a dimethyl quinacridone pigment and at least one negative charge or weak positive charge red pigment are used. The image recording agent uses the aforementioned compsn. The 2,9-dimethyl quinacridone used as the pigment component, and the negative charge or weak positive charge red color pigment, namely, a mixture pigment or a solid soln. pigment of 2,9-dimethyl quinacridone pigment and one or more kinds of negative charge or weak positive charge red pigments is extremely excellent as a magenta color pigment of the color compsn. for a full-color image recording. Therefore, the compsn. has excellent fastness such as light resistance, heat resistance, solvent resistance, chemical resistance and water resistance, and has high coloring power, sharpness, saturation, transparency and negative electrification property.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

08.02.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-181144

(P2000-181144A)

(43) 公開日 平成12年6月30日(2000.6.30)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
G 0 3 G 9/09		G 0 3 G 9/08	3 6 1 2 H 0 0 5
B 4 1 M 5/00		B 4 1 M 5/00	E 2 H 0 6 9
	5/30	C 0 9 D 11/02	2 H 0 8 6
C 0 9 D 11/02		C 0 9 B 67/20	H 2 H 1 1 1
G 0 3 G 9/087		B 4 1 M 5/26	K 4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平10-356350

(22) 出願日 平成10年12月15日(1998.12.15)

(71) 出願人 000002820

大日精化工業株式会社

東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号

(72) 発明者 中野 正行

東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号

大日精化工業株式会社内

(72) 発明者 青木 和孝

東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号

大日精化工業株式会社内

(74) 代理人 100077698

弁理士 吉田 勝広 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 画像記録用着色組成物及び画像記録剤

(57) 【要約】

【課題】 適切なマゼンタ色の色相を有し、諸堅牢性、鮮明性、透明性、負帯電性が付与された画像記録用組成物及び画像記録剤を提供する。

【解決手段】 顔料及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、該顔料としてジメチルキナクリドン顔料

(1) と少なくとも一種の負帯電性又は弱正帯電性の赤色顔料(2) とを併用することを特徴とする画像記録用着色組成物及びこれを用いた画像記録剤。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 顔料及び樹脂を含む画像記録用着色組成物において、該顔料としてジメチルキナクリドン顔料

(1) と少なくとも一種の負帯電性又は弱正帯電性の赤色顔料 (2) とを併用することを特徴とする画像記録用着色組成物。

【請求項 2】 該顔料が上記の顔料 (1) 及び顔料 (2) の混合顔料又は固溶体顔料である請求項 1 に記載の画像記録用着色組成物。

【請求項 3】 樹脂と高濃度の上記の顔料 (1) 及び顔料 (2) を含有する固体状、ペースト状あるいは液状の高濃度着色組成物である請求項 1 に記載の画像記録用着色組成物。

【請求項 4】 高濃度着色組成物が、上記の顔料 (1) 及び顔料 (2) の水性プレスケーキと樹脂とを、又は、上記の顔料 (1) 及び顔料 (2) の粉末、樹脂及び分散剤としての水とを、常圧で溶剤不存在下、120℃以下で、樹脂の融点又は軟化点未満の温度で加熱混練してこれらの顔料を樹脂相に移行させ、分離水は除去し、残存水は加熱混練蒸発させる方法で得られるものである請求

項 3 に記載の画像記録用着色組成物。

【請求項 5】 請求項 1 に記載の画像記録用着色組成物を用いて製造されることを特徴とする画像記録剤。

【請求項 6】 微細粉体状乾式現像剤である請求項 5 に記載の画像記録剤。

【請求項 7】 液状湿式現像剤である請求項 5 に記載の画像記録剤。

【請求項 8】 インクジェット記録用インキ用である請求項 5 に記載の画像記録剤。

【請求項 9】 フィルム、紙等の基材に塗布された熱転

写性画像記録剤である請求項 5 に記載の画像記録剤。

【発明の詳細な説明】
【0001】
【発明の属する技術分野】本発明は電子写真、電子印刷、静電記録、インクジェット記録及び熱転写記録等の画像記録における記録剤あるいはその製造に使用される顔料と樹脂バインダーを含む画像記録用着色組成物及びその製造方法に関する。更に詳しくは、顔料として各種堅牢性及び微細な粒子径を有するジメチルキナクリドン顔料及び少なくとも一種の特定の赤色顔料を含有する負帯電特性が付与された鮮明なマゼンタ色の画像記録用着色組成物及びその製造方法に関するものである。

【0002】
【従来の技術】従来、フルカラー又はモノカラーの電子写真、電子印刷、静電印刷、インクジェット記録及び熱転写記録等の画像記録に用いられるマゼンタ色記録剤においては、赤色顔料として赤色の油溶性染料、分散性染料、チオインジゴ系顔料、溶性アゾレーキ系顔料、不溶性アゾ系顔料、ジメチルキナクリドン顔料等が使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記したマゼンタ色画像記録剤に使用される赤色顔料の中では、マゼンタ色顔料として著名なジメチルキナクリドン (2, 9-ジメチルキナクリドン) 顔料 (C. I. ピグメントレッド 122) が使用されていることが多い。この顔料は単独ではマゼンタ色として青みが強過ぎ、着色濃度が不十分であるだけでなく、顔料の摩擦帯電が正帯電で、しかもかなり大きい値を示すという欠点がある。そのために、該顔料を負帯電性マゼンタ記録剤に使用すると、地汚れが発生し易い問題がある。

【0004】しかしながら、マゼンタ色画像記録剤に使用される赤色色素についてみると、油溶性染料、分散性染料等は樹脂媒体に溶解的に着色できるため着色力が高いが、耐光性、耐熱性、耐溶剤性、耐薬品性等の諸堅牢性に劣るという欠点がある。又、チオインジゴ系顔料、溶性アゾレーキ系顔料、不溶性アゾ系顔料も染料類より優れているが、耐光性、耐熱性等の諸堅牢性、鮮明性が不十分である。従って、上記した如き染料や顔料は、諸堅牢性、鮮明性、透明性、負帯電性が要求される記録剤用のマゼンタ色用に使われる色素としては不十分であり、優れた物性を有する記録剤用のマゼンタ色に使用される顔料の開発が要望されている。

【0005】本発明者らは、上記従来のマゼンタ色記録剤用色素の欠点を解消し、諸堅牢性、鮮明性、透明性、負帯電性を満足させ得る赤色顔料を開発すべく種々研究した結果、ジメチルキナクリドン顔料と特定の赤色顔料の少なくとも一種とを併用することにより、この用途に必要な諸堅牢性、鮮明性、透明性、負帯電性が付与された適切なマゼンタ色をもたらすことが出来ることを見出した。更に、従来の塗料やプラスチック着色等の用途に使用されている顔料に比べ粒子径を小さくすることにより、色相の鮮明性、冴え、透明性等に優れた性質を発揮させることが出来、これを着色剤として使用することにより優れた画像記録用記録剤が得られることを見出し本発明を完成した。

【0006】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は、顔料及び樹脂バインダーを含む画像記録用着色剤において、該顔料としてジメチルキナクリドン顔料 (1) と少なくとも一種の負帯電性又は弱正帯電性の赤色顔料 (2) とを併用することを特徴とする画像記録用着色組成物、その製造方法及び使用方法である。

【0007】

【発明の実施の形態】以下に本発明を更に詳細に説明する。本発明の画像記録用着色組成物は、その顔料成分としてジメチルキナクリドン顔料 (1) と負帯電性又は弱正帯電性の赤色顔料 (2) の少なくとも一種を併用することが特徴である。この赤色顔料 (2) は、更に、諸堅牢性に優れ、高い着色力、鮮明性、冴え、透明性を有す

るものが好ましい。上記顔料を用いることにより、顔料を高濃度で含有する画像記録用着色組成物の製造に際しても、加工温度を120℃以下で行う分散加工方法を採用すること等によって高濃度着色組成物を安定に製造することが出来る。又、本発明の画像記録用着色組成物を最終的に画像記録剤として使用する際には、優れた負帯電性を有し、鮮明で冴えて、透明感の高い、地汚れのない、諸堅牢性に優れた画像を長期間安定して記録することが出来る。これらの特徴は、画像記録剤が固体状及び

- C. I. ピグメントレッド 5
- C. I. ピグメントレッド 112
- C. I. ピグメントレッド 146
- C. I. ピグメントレッド 149
- C. I. ピグメントレッド 166
- C. I. ピグメントレッド 176
- C. I. ピグメントレッド 178
- C. I. ピグメントレッド 202
- C. I. ピグメントレッド 208
- C. I. ピグメントレッド 214
- C. I. ピグメントレッド 221
- C. I. ピグメントレッド 245
- C. I. ピグメントバイオレット 19

【0009】本発明で使用し、主として本発明を特徴づけるジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)とで調色顔料を調製し、それを使用して画像記録用着色組成物を製造する。これらの顔料は予め混合あるいは固溶体としたものであっても、あるいは画像記録用着色組成物を製造する工程中で混合されたものであってもよい。画像記録用着色組成物の製造方法は特に限定されないが、例えば、顔料製造工程でジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)を混合及び調色を行って得た微粉混合顔料、微粉固溶体顔料等を用いて直接画像記録剤に適した濃度で顔料を含む着色組成物を製造する方法と、該微粉混合顔料等を予めロールミル又は押出機等の加熱混練機を使用して、あるいは混合調色した顔料

(1)及び顔料(2)の混合顔料のプレスケーキ等を加熱ニーダー等を使用して高濃度に顔料を含有する着色組成物を製造する方法があるが、いずれでも構わない。又、上記の顔料を樹脂を構成する単量体混合物中に分散させ、単量体を重合させることによって形成された重合体(樹脂)中に該顔料を含有させる方法を用いることもできる。

【0010】具体的な調色顔料及び該調色顔料を含む高濃度着色組成物の製造法の例として下記の如き方法が挙げられる。

(A) ジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)、又はこれらの混合顔料を使用する高濃度着色組成物の製造法

(a) 各々の顔料を単独で乾燥し、衝突粉碎又は磨砕された各微粉顔料の混合物と樹脂とを加熱混練機で混練し

液体状のいずれの場合においても発現される。

【0008】本発明でジメチルキナクリドン顔料(1)とともに使用される赤色顔料(2)は、負帯電性もしくは弱い正帯電性の顔料であり、好ましくは、更に高い着色力、鮮明性を有する赤色顔料が使用される。好ましい赤色顔料は、ブローオフ粉体帯電量測定装置で測定した摩擦帯電量が $-100 \sim +30 \mu\text{C/g}$ のものであり、例えば以下に示す顔料が挙げられる。

- C. I. ピグメントレッド 23
- C. I. ピグメントレッド 144
- C. I. ピグメントレッド 147
- C. I. ピグメントレッド 150
- C. I. ピグメントレッド 170
- C. I. ピグメントレッド 177
- C. I. ピグメントレッド 185
- C. I. ピグメントレッド 207
- C. I. ピグメントレッド 209
- C. I. ピグメントレッド 220
- C. I. ピグメントレッド 238
- C. I. ピグメントレッド 254

て高濃度着色組成物を得る

(b) 各々の顔料の水性プレスケーキを混合し、乾燥後、衝突粉碎又は磨砕された微粉混合顔料と樹脂とを加熱混練機で混練して高濃度着色組成物を得る

(c) 顔料(1)及び(2)の水性プレスケーキ及び樹脂を加熱ニーダー等に仕込み、溶融フラッシング法等により高濃度着色組成物を製造する

(d) 顔料(1)及び(2)の水性プレスケーキを予め混合し、これを用いて上記(c)と同様にして高濃度着色組成物を製造する

(e) 顔料(1)及び顔料(2)の微粉、樹脂及び少量の水を加熱ニーダー等に仕込み、溶融フラッシング法等により高濃度着色組成物を製造する

(f) 上記(a)又は(b)の微粉混合顔料、樹脂及び少量の水を加熱ニーダー等に仕込み、溶融フラッシング法等により高濃度着色組成物を製造する

【0011】(B) ジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)との固溶体顔料を用いる高濃度着色組成物の製造方法

(a) ジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料

(2)との固溶体を乾燥し、衝突粉碎又は磨砕された微粉固溶体顔料と樹脂とを加熱混練機で混練して高濃度着色組成物を得る

(b) 上記(a)の固溶体顔料の水性プレスケーキと樹脂を加熱ニーダー等に仕込み、溶融フラッシング法等により高濃度着色組成物を製造する

(c) (a)の微粉固溶体顔料、樹脂及び少量の水を加熱ニーダー等に仕込み、溶融フラッシング法等により高

濃度着色組成物を製造する

【0012】上記(B)において、ジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)との固溶体顔料とは、これらの混合顔料を下記のような顔料化处理をすることにより固溶体の状態にしたものであり、固溶体とすることで色相の鮮明性、冴え、透明性、負帯電性を向上させることが出来る。混合顔料を固溶体にする方法は、従来公知の方法を用いることが出来、特に制限されない。例えば、固溶体にする複数の顔料を配合し、酸ペースト処理ないし磨砕工程を経て固溶体粗結晶を得、これを有機溶剤等で処理することによって固溶体顔料が得られる。

【0013】本発明で使用されるジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)との調色顔料、即ち、両顔料の使用割合は、希望する画像の色相によって適宜決められるものであり、特に限定されないが、通常、該顔料(1)対該顔料(2)は99:1~1:99(重量比)の範囲であり、好ましくは95:5~30:70の範囲である。

【0014】本発明の画像記録用組成物を使用して画像の色の透明性、冴え、鮮明性、負帯電性等の性質や物性をより優れたものとするために、本発明に使用するジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)に、顔料の結晶を整えたり、顔料粒子の形状や粒子径を所望の範囲に整えたりする等の後処理を従来公知の方法に準じて施すことが出来る。一般にジメチルキナクリドン顔料や赤色顔料が塗料あるいはプラスチックなどの着色の用途に使用される場合には、顔料に隠蔽力、媒体への分散の容易さ、耐候性、耐加熱加工性等の性能を持たせるため顔料の平均粒子径は大きく、例えば、凡そ500~700nmの大きさに調整されている。しかし、この粗大な顔料を画像記録剤の着色剤として使用した場合には、色相の透明性、冴え及び鮮明性を低下させるという問題がある。

【0015】特に、フルカラー記録剤の着色剤として使用する場合には、色相の透明性、冴え、鮮明性を有していることが好ましい。そのために、本発明で使用されるジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)との調色顔料は、画像記録用着色組成物を製造するフラッシング、加熱混練あるいは湿式分散等の通常の分散方法で樹脂中に重量平均粒子径が200nm以下、好ましくは150nm以下になるように分散させることが好ましい。従って、該組成物の製造に際しては、これらの顔料は上記の分散粒子径となるように予め微粒子化されたものを使用することが好ましい。

【0016】顔料を微粒子化する方法は特に限定されず、従来公知の方法を用いることが出来る。例えば、顔料を酸ペースト処理する方法や、衝突粉碎や磨砕により微細化する方法等が挙げられる。衝突粉碎法にはボールミルや振動ミルを用いるドライミリング法があり、スチールボール、スチールロッド等の粉碎媒体が使用され、

必要により、無機塩が磨砕助剤として使用される。磨砕法にはソルトミリング法やソルベントソルトミリング法があり、磨砕助剤として無水芒硝、塩化ナトリウム、硫酸アルミニウム等の無機塩が使用される。このようにして得られた微粒子顔料は色相の鮮明性、冴え、透明性を有し、又、耐光性、耐熱性、耐溶剤性、耐薬品性、耐水性等の諸堅牢性、負帯電性に優れた性質を示す。

【0017】本発明の画像記録用着色組成物を製造するために使用される熱可塑性重合体樹脂やワックス類等の樹脂は、固体の形態で使用される該組成物にあっては分散媒体であり、液体の形態で使用される該組成物にあっては顔料の分散剤として機能するものである。又、実際に記録剤として使用されるときには顔料の固着剤として作用するものである。このような目的で使用される樹脂としては、電子写真、静電印刷、静電記録等の乾式現像剤及び湿式現像剤、油性及び水性インクジェットインク、熱転写インクリボン及びフィルム等の画像記録剤に從來から使用されている樹脂はいずれも使用することができ、特に限定されない。又、上記の各々の用途に合わせて、必要に応じて従来公知の添加剤、例えば、帯電制御剤、流動化剤、あるいは媒体として溶剤、水系媒体等を使用することが出来る。

【0018】本発明の画像記録用着色組成物は、その使用目的の画像記録剤に適した顔料濃度となるように初めから製造されたものでも、高濃度に顔料を含む高濃度着色組成物として製造されたもののいずれでもよい。高濃度着色組成物は、顔料を高濃度を含み、予め十分に練肉して顔料を分散させたり、調色を行っておくことにより、後の画像記録剤製造工程を容易にするためのものであり、粗粒、粗粉、微粉、シート状、小塊状等の固体状、ペースト状又は液状の任意の形態で使用される。該組成物中の顔料の含有量は、通常10~70重量%程度であり、好ましくは20~60重量%程度である。

【0019】本発明の画像記録用着色組成物には、それぞれの使用目的に応じて従来から使用されている各種添加剤や溶剤等が添加され、目的の画像記録剤として使用される。画像記録剤としては、例えば、いわゆる微細粉体状乾式現像剤、液状湿式現像剤、静電記録剤、インクジェット記録用インキ、フィルム、紙等の基剤に塗布された熱転写インクリボン及びフィルム等が挙げられる。

【0020】本発明の画像記録用着色組成物(使用目的の画像記録剤に適した濃度の顔料を含む)中の顔料の含有量は、該組成物の使用目的によって異なり、本発明で使用するマゼンタ色に調色されたジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)との調色顔料、樹脂やその他添加剤あるいは媒体を含む全着色組成物中における顔料の含有量は、通常2~20重量%程度である。電子写真用乾式記録剤等として使用する場合には、顔料の含有量2~15重量%程度、好ましくは3~10重量%程度であり、静電記録用湿式現像剤等として使用する場

には濃厚原液中1〜20重量%、好ましくは3〜10重量%程度であり、通常は希釈液で10〜30倍に希釈して使用される。又、熱転写インクリボン、フィルムの着色剤として使用される場合には、4〜15重量%程度、好ましくは6〜10重量%程度であり、インクジェット記録用インクとして使用される場合には3〜20重量%程度、好ましくは5〜10重量%程度であり、各々使用する目的に応じて最も好ましい含有量で使用される。

【0021】前記した顔料の高濃度着色組成物の製造方法としては、例えば、乾式の加熱混練分散法とセラミックビーズ、ガラスビーズ、スチールボール等を用いる湿式の媒体分散法がある。特に顔料を樹脂中に高濃度に分散させる方法としては、通常、二本ロール、三本ロール、加熱ニーダー、加圧加熱ニーダー、一軸押出機、二軸押出機等の混練分散機を使用して樹脂を溶融して顔料を混練分散させる方法が用いられる。これらのいずれの方法においても、混練分散加工は120℃以下の温度でなされることが望ましい。この比較的低温の加工温度条件で混練分散を行うことによって、予め微細に調整された顔料の粒子径が該組成物中にそのまま保たれ、引き続

き行われる記録剤製造の加工工程を同様に120℃以下の温度条件で行うことにより、色相の鮮明性、冴え、透明性が発現される画像記録剤が得られる。

【0022】顔料の高濃度分散方法として最も好ましい方法は、顔料の水性ペーストを溶融した樹脂でフラッシングする方法（常圧溶融フラッシング法）であり、例えば特開平2-175770号で提案されている方法等である。具体的には、溶剤は全く使用せずに顔料の水性プレスケーキと樹脂バインダーを蒸気加熱の出来るニーダー又はフラッシャーに仕込み、樹脂の融点又は軟化点未満の温度で常圧で混練して水性相の顔料を樹脂相に移行させ、分離した水を除去し、更に残存している水分を混練蒸発させる方法である。水性プレスケーキを使用することでプレスケーキの顔料粒子をそのまま樹脂相に移行させることが出来、又、混練分散加工温度も水が存在する間は100℃以下で進めることが出来るという特徴を有している。又、好ましい他の高濃度顔料分散方法としては、粉末顔料、樹脂バインダーに分散剤として水を加えて、上記の方法と同様にして常圧で溶剤不存在下、加工温度を120℃以下で該樹脂の融点又は軟化点未満の温度で混練して顔料を樹脂相に移行させ、分離水は除去し、残存水は混練蒸発させる方法によっても高濃度着色組成物を得ることができる。

【0023】本発明の画像記録用着色組成物を使用して製造される、電子写真、静電印刷、静電記録等の乾式現像剤及び湿式現像剤、水性、油性及びソリッド状インクジェットインク、熱転写インクリボン、熱転写インクフィルム等の画像記録剤は、ジメチルキナクリドン顔料

(1)と赤色顔料(2)との調色顔料を最初から各用途に適した顔料濃度となるように形成した該組成物をその

まま使用して、あるいは前記した顔料を高濃度に分散させた高濃度着色組成物を、樹脂バインダー、樹脂溶液あるいは付加重合性単量体中に分散あるいは希釈再分散し、それぞれの画像記録剤の製造の常法に従い、その際に必要に応じて従来公知の帯電制御剤、流動化剤、強磁性材料、溶剤媒体、水系媒体等を添加して製造される。

【0024】例えば、電子写真、静電印刷、静電記録等に使用される画像記録用記録剤について述べると、乾式記録剤としては粉碎法及び重合法と呼ばれる懸濁重合法、乳化重合液凝集法等の製造方法によって製造される微細粉体状乾式現像剤が使用される。粉碎法は顔料、樹脂バインダー、帯電制御剤等を加熱混練し、冷却後、粉碎、所定の粒度に分級する製造方法であり、懸濁重合法は顔料、帯電制御剤等を分散させた付加重合性単量体を液滴の粒径を制御したO/W型エマルジョンとし、懸濁重合法により着色微粒子重合体とする方法であり、又、乳化重合液凝集法は乳化重合液に顔料や荷電制御剤の微分散液を混合し、得られた着色乳化重合液を加熱し、融着、凝集させる事により重合体粒子に顔料や帯電制御剤を共沈或いは吸着させると共に所定の粒度に微粒子化する方法である。それぞれ更に、必要に応じて従来公知の流動化剤、強磁性剤等の材料が添加される。又、湿式記録剤としては、顔料を樹脂バインダー、分散安定剤、帯電制御剤等と共に溶剤媒体中で湿式媒体分散機を用いて分散させる方法あるいは顔料、樹脂バインダー、帯電制御剤等よりなる着色樹脂微粒子を同様にして分散安定剤あるいは更に帯電制御剤と共に溶剤媒体中で湿式媒体分散機を用いて分散させる方法によって製造される液式湿式現像剤が使用される。

【0025】本発明の画像記録用着色組成物は、マゼンタ色の画像記録剤として単色ないし二色カラー、多色カラー等の個別色で使用される外、フルカラー記録システムとしてシアン色、イエロー色あるいは更にブラック色の画像記録剤とセットで一緒に使用され得ることは勿論である。これらの有機顔料、無機顔料の例としては、フタロシアニン系、アゾ系、ポリ縮合アゾ系、アゾメチンアゾ系、アンスラキノ系、ペリノン・ペリレン系、インジゴ・チオインジゴ系、ジオキサジン系、イソインドリノン系、ピロロピロール系顔料等、カーボンブラック顔料、酸化チタン系、酸化鉄系、焼成顔料系、体質顔料等従来使用されている顔料が挙げられる。

【0026】特にフルカラー記録剤に使用される顔料としては、シアン色の顔料としてフタロシアニン系ブルー顔料が、イエロー色としてはアゾ系、ポリ縮合アゾ系、アンスラキノ系、イソインドリノン系の各々の黄色顔料が、ブラック色としてはカーボンブラック顔料、アゾメチンアゾ系黒色顔料、各色の顔料の調色による黒色顔料等がそれぞれの代表的のものとして挙げられる。これらの各種の顔料も本発明で使用するジメチルキナクリドン顔料(1)と赤色顔料(2)との調色顔料と同様に、

画像記録用着色組成物を製造するフラッシング、加熱混練あるいは湿式分散等の通常の分散方法で樹脂中に分散させることによって平均粒子径が凡そ200nm以下、好ましくは凡そ150nm以下になる様に粒径が調整された顔料を使用することが好ましい。

【0027】

【実施例】次に顔料製造例及び実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。文中、部または%とあるのは重量基準である。以下の例における顔料自体の平均粒子径及び組成物中の顔料の平均粒子径は、下記の方法で測定した重量平均粒子径である。

(1) 顔料自体の平均粒子径の測定方法

顔料0.5gと分散剤0.7gとをフーバー式マーラーで荷重150ポンド、練り回数300回の条件で分散させ、測定装置に規定されている濃度まで水で希釈した後、超音波を1分間作用させて調製した試験液をコールターサブミクロン粒子アナライザー（コールター社製MODEL N-4）で測定する。

(2) 組成物中の顔料の平均粒径の測定法

着色組成物0.1gをキシレン10ccに溶解させ、測定装置に規定されている濃度までキシレンで希釈した後、超音波を1分間作用させて調製した試験液をコールターサブミクロン粒子アナライザー（コールター社製MODEL N-4）で測定する。

【0028】顔料製造例1

2,9-ジメチルキナクリドン顔料（C. I. ピグメントレッド 122）の粗顔料10部、塩化ナトリウム100部、高沸点脂環式炭化水素1部をボールミルに充填し、10時間磨砕を行った。続いて顔料化、濾過、洗浄等の後処理を行ってプレスケーキを得た。ジメチルキナクリドン顔料としての固形分は30%であった。得られたプレスケーキを乾燥、粉砕してジメチルキナクリドン顔料を得た。このようにして製造された上記顔料の平均粒子径は、200nm以下であり、色相は青味みの赤色を示した。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量をブローオフ粉体帯電量測定装置（東芝ケミカル社製TB-200型）（以下も同様）で測定したところ+56.6μc/gであった。

【0029】一方、4,4'-ジアミノ-1,1'-ジアントラキノニル顔料（C. I. ピグメントレッド 177）の粗顔料10部、無水芒硝90部、塩素化脂肪族炭化水素1部をボールミルに充填し、10時間磨砕を行った。続いて、顔料化、濾過、洗浄等の後処理を行ってプレスケーキを得た。ジアントラキノニル顔料としての固形分は30%であった。得られたプレスケーキを乾燥、粉砕してジアントラキノニル顔料を得た。このようにして製造された上記顔料平均粒子径は200nm以下であり、色相は赤色を示した。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量を測定したところ-36.9μc/gであった。

【0030】次に、ジメチルキナクリドン顔料の水性プレスケーキの固形分8部とジアントラキノニル顔料の水性プレスケーキの固形分2部とを混合し、乾燥、粉砕してジメチルキナクリドン顔料及びジアントラキノニル顔料の混合物顔料を得た。このものは色相はマゼンタ色を示した。混合物顔料の平均粒子径は200nm以下であった。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量を測定したところ+11.5μc/gであった。

【0031】顔料製造例2

顔料製造例1に示した方法により、2,9-ジメチルキナクリドン顔料の粗顔料7部に4,4'-ジアミノ-1,1'-ジアントラキノニル顔料の粗顔料3部を加えて磨砕して固溶体顔料を得、有機溶剤処理による顔料化を行い、続いて濾過、洗浄後、乾燥、粉砕してジメチルキナクリドン顔料/ジアントラキノニル顔料の固溶体顔料（7/3（重量比））を得た。色相はマゼンタ色を示した。製造された固溶体顔料の平均粒子径は200nm以下であった。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量を測定したところ+14.5μc/gであった。

【0032】顔料製造例3

顔料製造例1に示した方法により、2,9-ジメチルキナクリドン顔料の粗顔料5部にジクロルキナクリドン顔料（C. I. ピグメントレッド 209）の粗顔料2部、γ型無置換キナクリドン顔料（C. I. ピグメントバイオレッド 19）顔料3部を加えて磨砕して固溶体顔料を得、有機溶剤処理による顔料化を行い、続いて濾過、洗浄後、乾燥、粉砕してジメチルキナクリドン顔料/ジクロルキナクリドン顔料/無置換キナクリドン顔料の固溶体顔料（5/2/3（重量比））を得た。色相はマゼンタ色を示した。製造された固溶体顔料の平均粒子径は200nm以下であった。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量を測定したところ+20.9μc/gであった。

【0033】顔料製造例4

2,9-ジメチルキナクリドン顔料の粗顔料9部とジケトピロロピロール顔料（C. I. ピグメントレッド 254）の粗顔料1部を100部の98%硫酸に溶解させ、この溶液を500部の冷水中に注入して固溶体顔料として析出させた。濾過、洗浄（中和）後、有機溶剤処理による顔料化を行い、濾過、洗浄、乾燥、粉砕してジメチルキナクリドン顔料/ジケトピロロピロール顔料の固溶体顔料（9/1（重量比））を得た。色相はマゼンタ色を示した。製造された固溶体顔料の平均粒子径は200nm以下であった。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量を測定したところ+12.6μc/gであった。

【0034】顔料製造例5

顔料製造例1に示した方法により、2,9-ジメチルキナクリドン顔料の粗顔料5部にC. I. ピグメントレ

ド5の粗顔料5部を加えて磨砕して固溶体顔料を得て、有機溶剤処理による顔料化を行い、続いて濾過、洗浄後、乾燥、粉碎してジメチルキナクリドン/C. I. ピグメントレッド5顔料の固溶体顔料(5/5)(重量比)を得た。色相はマゼンタ色を示した。製造された固溶体顔料を分散させたときの平均粒子径は200nm以下であった。この顔料5部に磁性鉄粉100部を混合して摩擦帯電量を測定したところ+13.5μc/gであった。

【0035】実施例1

特開平2-175770号で提案された顔料の常圧溶融フラッシング法に従って、顔料製造例1で得たジメチルキナクリドン顔料のプレスケーキ96部(顔料固形分25%)及びジアントラキノニル顔料のプレスケーキ20部(顔料固形分30%)、及びスチレン/メタリル系共重合樹脂(軟化点110℃、ガラス転移点約56℃、GPC法重量平均分子量約5万)70部とを加熱型ニーダーに仕込み、混合しつつ蒸気加熱を行い、溶融フラッシングを行った。混練樹脂の温度を90~95℃にしてフラッシングを続け、水分を分離した。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去した。更に混練を続けた後ニーダーから混練物を取り出し、冷却、粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0036】次に、この様にして得たマゼンタ色混合顔料を含む高濃度着色組成物14.7部及びクロム錯塩系負帯電制御剤3部を上記で使用したスチレン/メタクリル系共重合樹脂82.3部と常法に従って混練し、冷却、粉碎後、ジェットミルで微粉碎し、更に分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得た。続いて、常法に従い上記微粉末に流動化剤としてコロイダルシリカを添加して十分に混合した後、キャリアの磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。

【0037】これを負電荷フルカラー現像用電子写真複写機に仕込んで紙に複写したところ、複写画像は鮮明で冴えた地汚れのないマゼンタ色を呈し、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。また、オーバーヘッドプロジェクター(以下OHPと略す)用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、OHPスクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。

【0038】また、シアン色顔料としてC. I. ピグメントブルー15:3(現像剤中の顔料含有率:3.5%)、イエロー色顔料としてC. I. ピグメントイエロー93(顔料含有率:4.4%)、ブラック色顔料としてC. I. ピグメントブラック7(顔料含有率:3.5%)のそれぞれ平均粒子径が200nm以下になるように分散できる顔料を用いて、上記と同様にして各々シアン色現像剤、イエロー色現像剤、ブラック色現像剤とし、上記で得たマゼンタ色現像剤と共に四色フルカ

ラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映すフルカラー画像を得た。

【0039】実施例2

顔料製造例1で得たジメチルキナクリドン顔料21部及びジアントラキノニル顔料9部と、実施例1で使用したスチレン/メタクリル系共重合樹脂70部と水100部を加熱型ニーダーに仕込み、常圧で混合しつつ蒸気加熱を行い、十分混練を行った。混練樹脂の温度を90~95℃にし、水分を分離させた。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去した。更に混練を続けた後、ニーダーから混練物を取り出し、冷却、粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0040】次に、実施例1と同様にしてマゼンタ色混合顔料を含む高濃度着色組成物及びクロム錯塩系負帯電制御剤を上記のスチレン/メタクリル系共重合樹脂と混練し、冷却、分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得、コロイダルシリカを添加し、磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。これを用いて負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写したところ、複写画像は鮮明で冴えた地汚れのないマゼンタ色を呈した。又、OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。また、実施例1で使

【0041】実施例3

顔料製造例1で得たジメチルキナクリドン顔料/ジアントラキノニル顔料(8/2(重量比))の混合顔料30部を、実施例1で使用したスチレン/メタクリル系共重合樹脂70部と三本ロールにて十分混練し顔料を分散させた。冷却後粗砕して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。次に、実施例1と同様にして、得られたマゼンタ色混合顔料を含む高濃度着色組成物14.7部及びクロム錯塩系負帯電制御剤3部を上記で使用したスチレン/メタクリル系共重合樹脂82.3部と混練し、冷却粉碎後、微粉碎、分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得、コロイダルシリカを添加し、磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。

【0042】これを用いて負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写したところ、複写画像は鮮明で冴えた地汚れのないマゼンタ色を呈した。また、OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示

し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。さらに、実施例1で使用したシアン色、イエロー色、ブラック色の現像剤を上記のマゼンタ色現像剤と共に使用して紙に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPシートのフルカラー複写画像はスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映した。

【0043】実施例4

実施例1の溶融フラッシング法に従って、顔料製造例2で得た固溶体顔料のプレスケーキ107.2部(固形分28%)及び負帯電用ビスフェノール型ポリエステル樹脂(軟化点約100℃)70部とを加熱型ニーダーに仕込み、混合し、溶融フラッシングを行った。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去した。更に混練を続けて顔料を分散させた後ニーダーから混練物を取り出し、冷却、粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0044】次に、実施例1の方法に従って、この様にして得たマゼンタ色固溶体顔料を含む高濃度着色組成物14.7部及びクロム錯塩系負帯電制御剤3部と上記で使用したビスフェノール型ポリエステル樹脂82.5部とを混練し、冷却後粗砕、微粉碎、分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得、流動化剤としてコロイダルシリカを添加して十分混合した後、キャリアの磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。これを用いて負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写したところ、複写画像は鮮明で冴えた地汚れのないマゼンタ色を呈した。OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。また、実施例1で使用したシアン色、イエロー色、ブラック色の現像剤を上記のマゼンタ色現像剤と共に使用して紙に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPシートのフルカラー複写画像はスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映した。

【0045】実施例5

実施例1の溶融フラッシング法に従って、顔料製造例3で得た固溶体顔料のプレスケーキ100.0部(固形分30%)及び負帯電用ビスフェノール型ポリエステル樹脂(軟化点約100℃)70部とを加熱型ニーダーに仕込み、混合し、溶融フラッシングを行った。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去した。更に混練を続けて顔料を分散させた後ニーダーから混練物を取り出し、冷却、粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0046】次に、実施例1の方法に従って、この様にして得たマゼンタ色固溶体顔料を含む高濃度着色組成物

14.7部及びクロム錯塩系負帯電制御剤3部及び上記で使用した負電荷用ビスフェノール型ポリエステル樹脂82.5部とを混練し、冷却後粗砕、微粉碎、分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得、流動化剤としてコロイダルシリカを添加して十分混合した後キャリアの、磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。これを用いて負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写した。複写画像は鮮明で冴えた地汚れのないマゼンタ色を呈した。OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。また、実施例1で使用したシアン色、イエロー色、ブラック色の現像剤を上記のマゼンタ色現像剤と共に使用して紙に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPシートのフルカラー複写画像はスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映した。

【0047】実施例6

実施例1の溶融フラッシング法に従って、顔料製造例4で得た固溶体顔料のプレスケーキ111.1部(固形分27%)及び負電荷用ビスフェノール型ポリエステル樹脂(軟化点約100℃)70部とを加熱型ニーダーに仕込み、混合し、溶融フラッシングを行った。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去した。更に混練を続けて顔料を分散させた後ニーダーから混練物を取り出し、冷却、粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0048】次に、実施例1の方法に従って、この様にして得たマゼンタ色固溶体顔料を含む高濃度着色組成物14.7部及びクロム錯塩系負帯電制御剤3部を上記で使用した負電荷用ビスフェノール型ポリエステル樹脂82.5部と混練し、冷却後粗砕、微粉碎、分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得、流動化剤としてコロイダルシリカを添加して十分混合した後、キャリアの磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。これを使用して負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写した。複写画像は鮮明で冴えた地汚れのないマゼンタ色を呈した。OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。また、実施例1で使用したシアン色、イエロー色、ブラック色の現像剤を上記のマゼンタ色現像剤と共に紙に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPシートのフルカラー複写画像はスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映した。

【0049】実施例7

実施例1の溶融フラッシング法に従って、顔料製造例5で得た固溶体顔料のプレスケーキ107.2部(固形分28%)及び負電荷用ビスフェノール型ポリエステル樹脂

10

20

30

40

50

脂（軟化点約100℃）70部とを加熱型ニーダーに仕込み、混合し、溶融フラッシングを行った。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去した。更に混練を続けて顔料を分散させた後ニーダーから混練物を取り出し、冷却、粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0050】次に、実施例1の方法に従って、この様にして得たマゼンタ色固溶体顔料を含む高濃度着色組成物14.7部及びクロム錯塩系負帯電制御剤3部を上記で使用した負電荷ビスフェノール型ポリエステル樹脂82.5部と混練し、冷却後粗砕、微粉碎、分級して5~20μmのマゼンタ色樹脂組成物の微粉末を得、流動化剤としてコロイダルシリカを添加して十分混合した後、キャリアの磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。これを用いてフルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写した。複写画像は鮮明で汚れた地汚れないマゼンタ色を呈した。OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。また、実施例1で使用したシアン色、イエロー色、ブラック色の現像剤を上記のマゼンタ色現像剤と共に紙に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPシートのフルカラー複写画像はスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映した。

【0051】実施例8

マレイン酸ジエチル50部を容器に採り、スチレン/メタクリル酸ベンジル/メタクリル酸2-エチルヘキシル（7/2/1（重量比））共重合体20部を加えて溶解させ、そこに顔料製造例2で得たジメチルキナクリドン顔料/ジアントラキノニル顔料（7/3（重量比））の固溶体顔料25.5部及びフタルイミドメチル化ジメチルキナクリドン顔料4.5部を加えて混合し、連続式横型湿式ビーズ媒体分散機を用いて十分に微細に分散させ、マゼンタ色顔料高濃度単量体分散液を得た。分散液中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0052】同様にしてマレイン酸ジエチル50部に実施例1のスチレン/メタクリル酸エステル共重合体20部を溶解させ、クロム錯塩系負帯電制御剤30部を加え、混合し、連続式横型湿式ビーズ媒体分散機を用いて微細に分散させ、負帯電制御剤の高濃度単量体分散液を得た。上記で得たマゼンタ色顔料の高濃度単量体分散液16.7部と負電荷制御剤の高濃度単量体分散液10.0部、及びメタクリル酸ブチル12.6部、スチレン60.7部、ラウリルメルカプタン1.5部及びアゾイソブチルロニトリル2.0部を容器に添加し、均一になるように十分に攪拌混合した。4%コロイダルシリカ水分分散液200部に、高剪断力高速攪拌機で攪拌しつつ上記で得た顔料及び電荷制御剤を含む単量体分散液103.

5部を徐々に添加し、水中油滴型のエマルジョンを調整した。エマルジョンの油滴の大きさがおおよそ7~9μm程度になるように攪拌速度及び攪拌時間を調整した。

【0053】攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、蛇管コンデンサー及び滴下漏斗の付いた重合反応装置に、4%コロイダルシリカ水分分散液200部及び上記で得たマゼンタ色エマルジョンの凡そ3分の1を仕込み、75~80℃にて2時間重合反応を行った。次いで残りの凡そ3分の2のエマルジョンを滴下漏斗より3時間かけて滴下し更に1時間攪拌した後、30分かけて85℃に昇温し1時間攪拌して重合反応を完結した。生成した重合物を濾別し、水酸化ナトリウム水溶液で洗浄してシリカを除去し、十分に水洗した後乾燥して平均粒子径凡そ8μmのマゼンタ色重合体の微粉末を得た。続いて流動化剤としてコロイダルシリカを添加し、磁性鉄粉と混合してマゼンタ色電子写真乾式現像剤とした。

【0054】これを用いて負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に複写した複写画像は、鮮明で汚れた地汚れないマゼンタ色を呈した。また、OHP用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像を示し、スクリーンに鮮明なマゼンタ色の映像を示した。また、上記と同様にして、C. I. ピグメントブルー 15:3（以下現像剤中の顔料含有率を示す：3.4%）、及びフタルイミドメチル銅フタロシアニン顔料（0.6%）を用いてシアン色現像剤を、C. I. ピグメントイエロー 93（4.25%）及びフタルイミドメチルジアンスラキノニルモノフェニルアミノ-s-トリアジン顔料（0.75%）を用いてイエロー色現像剤を、C. I. ピグメントブラック 7（3.40%）及びフタルイミドメチル銅フタロシアニン顔料（0.60%）を用いてブラック色現像剤を調製し、上記のマゼンタ色現像剤と共に使用して負電荷フルカラー現像用電子写真複写機にて紙に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、OHPシートのフルカラー複写画像はスクリーンに鮮明なフルカラー映像を映した。

【0055】実施例9

実施例1の溶融フラッシング法に従って、顔料製造例3で得たジメチルキナクリドン顔料/ジクロルキナクリドン顔料/無置換キナクリドン顔料（5/2/3（重量比））固溶体顔料のプレスケーキ107.2部（固形分28%）及び実施例1のスチレン/メタクリル系共重合樹脂70部を加熱型ニーダーに仕込み、混合し、溶融フラッシングを行った。分離水を排出し、更に残存する水分を加熱混練しつつ蒸発させ除去し、顔料を分散させた。ニーダーから混練物を取り出し、冷却後粉碎して顔料分を30%の濃度で含有するマゼンタ色の高濃度着色組成物の粗粉を得た。粗粉中の顔料の平均粒径は200nm以下であった。

【0056】次に、この様にして得たマゼンタ色樹脂粉末10部を脂肪酸炭化水素系溶媒に可溶のメタクリルエ

ステル系樹脂 15 部と共に 75 部のアイソパー G に加えて、ガラスビーズを加えてペイントコンディショナーにて 20 時間振とう分散して濃高着色液を調整した。濃高液中の顔料の平均粒径は 200 nm 以下であった。この濃厚液 200 部を 1 リットルのアイソパー G 中に加えて分散させて電子写真湿式現像剤を得た。これを用いてフルカラー湿式電子写真複写機にて複写し、鮮明なマゼンタ色複写画像を得た。この画像は、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。また、上記と同様にして実施例 1 で使用したシアン色顔料、イエロー色顔料、ブラック色顔料を用いて各々シアン色、イエロー色、ブラック色の湿式現像剤とし、上記で得たマゼンタ色湿式現像剤と共に四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。また、上記の四色フルカラー現像剤を使用して四色フルカラー湿式静電プロッターにて鮮明なフルカラー画像を出力させた。

【0057】実施例 10

実施例 2 と同様にして、エステルワックス 41 部、パラフィン系ワックス 41 部、実施例 1 のスチレン/メタクリル系共重合樹脂 5 部、シリカ 3 部をバインダーとし、顔料製造例 2 で得た固溶体顔料 10 部、分散剤として水 50 部をニーダーに加えて樹脂の融点又は軟化点未満の温度で常圧で混練して分離水を除去し、残存水を蒸発させた。

【0058】得られた着色組成物を、常法に従ってポリエチレンフィルムに塗布し、マゼンタ色熱転写記録用インクフィルムとした。これを用いてフルカラー熱転写複写機にて複写し、鮮明なマゼンタ色複写画像を得た。この画像は、耐光性等の諸物性に優れた堅牢性を示した。また、OHP 用のポリエステルシートに複写すると、透明な画像が得られ、スクリーンに鮮明な画像を示した。また、上記と同様にして、実施例 1 で使用したシアン色顔料、イエロー色顔料、ブラック色顔料を用いて各々シアン色、イエロー色、ブラック色の熱転写用記録用インクフィルムとし、上記で得たマゼンタ色熱転写記録剤と共に使用して四色フルカラー複写を行い、鮮明なフルカラー画像を得た。更に、OHP 用ポリエステルシートに

複写すると、スクリーンに透明なフルカラー映像を映すフルカラー画像を得た。

【0059】実施例 11

顔料製造例 3 で得た固溶体顔料の水性プレスケキ 17.9 部(顔料固形分 28%)、スチレン/アクリレート/メタクリレート共重合体 3 部、エチレングリコール 22 部、グリセリン 8 部、及び水 50 部からなるの水性顔料分散液を作り、超遠心分離機で分散し得なかった顔料粗粒子を除去し、インクジェット用水性マゼンタ色インキを得た。このインキを用いてピエゾ振動子を有するオンデマンド型のインクジェットプリンターで画像情報をプリントし、鮮明なマゼンタ色画像を得た。また、実施例 1 で使用したシアン色、イエロー色、ブラック色顔料を用いて各々シアン色、イエロー色、ブラック色のインクジェットインキとし、上記で得たマゼンタ色インクジェットインキと共に四色フルカラープリントを行い、鮮明なフルカラー画像を得た。

【0060】

【発明の効果】本発明の画像記録用着色組成物は、その顔料成分として使用される 2,9-ジメチルキナクリドンと負帯電性もしくは弱い正帯電性の 1 種或いは 2 種の赤色調色顔料、即ち 2,9-ジメチルキナクリドン顔料と負帯電性もしくは弱い正帯電性の 1 種或いは 2 種の赤色顔料との混合顔料或いは固溶体顔料はフルカラー画像記録用着色組成物のマゼンタ色顔料として非常に優れたものであり、耐光性、耐熱性、耐溶剤性、耐薬品性、耐水性等の諸堅牢性に優れ、更に高い着色力、鮮明性、冴え、透明性、負帯電性を有するものであるため、着色物の製造の工程においても特定の条件で安定に製造することができ、その結果、最終的にマゼンタ色の画像記録用着色組成物として使用される際にも、鮮明性で冴えた、地汚れない、透明感の高い画像を安定して記録することが出来るものである。また、液状の記録剤として使用される際においても、長時間安定に記録することが出来るものである。従って、得られた画像は鮮明であると共に、顔料に関する上記した諸堅牢性においても優れた性質を示す。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷
G 03 G 9/12
// C 09 B 67/20

識別記号

F I
G 03 G 9/08 381
9/12 311

テマコード(参考)

(72)発明者 神原 行雄
東京都中央区日本橋馬喰町一丁目 7 番 6 号
大日精化工業株式会社内

(72)発明者 宝田 茂
東京都中央区日本橋馬喰町一丁目 7 番 6 号
大日精化工業株式会社内

- (72)発明者 中島 啓二
東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号
大日精化工業株式会社内
- (72)発明者 大倉 研
東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号
大日精化工業株式会社内
- (72)発明者 中村 道衛
東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号
大日精化工業株式会社内

Fターム(参考) 2H005 AA21 AB02 CA21 DA02 DA03
DA04
2H069 CA27 CA29 CA30
2H086 BA55 BA59
2H111 AA01 AA08 AA09 AA11 AA26
BA38 BA48 BA53 BA74 BA75
BB04 BB05
4J039 AB12 AD02 AD10 AE06 BC01
BC50 BC53 BC69 BE01 BE12
CA02 CA10 DA05 DA07 EA15
EA24 EA33 EA42 EA43 GA06
GA15 GA24